

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005 年 7 月 21 日 (21.07.2005)

PCT

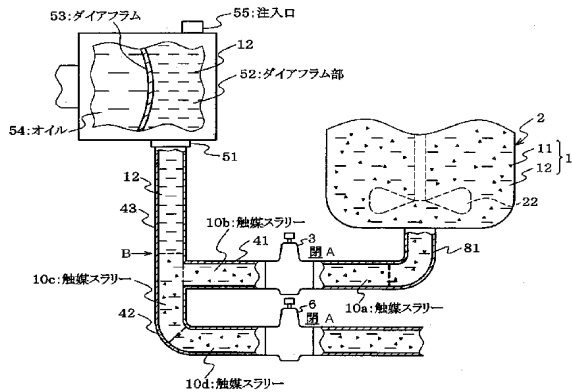
(10) 国際公開番号
WO 2005/065810 A1

- (51) 国際特許分類: **B01J 4/00**
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/018023
- (22) 国際出願日: 2004 年 12 月 3 日 (03.12.2004)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2003-407975 2003 年 12 月 5 日 (05.12.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 出光興産株式会社 (IDEMITSU KOSAN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1008321 東京都千代田区丸の内三丁目 1 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 岡村 正博 (OKAMURA, Masahiro) [JP/JP]; 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸 1 番 1 号 Chiba (JP). 黒木 政勝 (KUROKI, Masakatsu) [JP/JP]; 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸 1 番 1 号 Chiba (JP). 金子 安延 (KANEKO, Yasunobu) [JP/JP]; 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸 1 番 1 号 Chiba (JP).
- (74) 代理人: 渡辺 喜平 (WATANABE, Kihei); 〒1010041 東京都千代田区神田須田町一丁目 2 6 番 芝信神田ビル 3 階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU,

[続 葉 有]

(54) Title: CATALYST SUPPLY DEVICE

(54) 発明の名称: 触媒供給装置



53... DIAPHRAGM
55... INLET OPENING
52... DIAPHRAGM SECTION
54... OIL
A... CLOSED
10b... CATALYST SLURRY
10c... CATALYST SLURRY
10d... CATALYST SLURRY
10a... CATALYST SLURRY

(57) Abstract: A catalyst supply device (1) has a catalyst slurry supply vessel (2) in which catalyst slurry (10) is placed; an automatic suction valve (3) connected to the downstream side of the catalyst slurry supply vessel (2); three-way piping (4) for connecting the automatic suction valve (3), an automatic discharge valve (6), and a positive displacement pump (5); and the positive displacement pump (5) and the automatic discharge valve (6) that are connected to the three-way piping (4). The catalyst supply device (1) supplies the catalyst slurry (10) to a reaction vessel (7) without causing a catalyst (11) to enter into the inside of the positive displacement pump (5).

(57) 要約: 触媒供給装置 1 は、触媒スラリー 10 が投入された触媒スラリー供給槽 2 と、この触媒スラリー供給槽 2 の下流側に接続された自動吸込み弁 3 と、この自動吸込み弁 3、自動吐出弁 6 及び容積型ポンプ 5 を接続する三方配管 4 と、この三方配管 4 と接続された容積型ポンプ 5 及び自動吐出弁 6 と、からなっており、触媒 11 を容積型ポンプ 5 の内部に浸入させることなく、触媒スラリー 10 を反応槽 7 に供給する。



WO 2005/065810 A1



ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR),

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告書
- 請求の範囲の補正の期限前の公開であり、補正書受領の際には再公開される。

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

触媒供給装置

技術分野

- [0001] 本発明は、触媒供給装置に関し、特に、触媒スラリーを反応槽に安定的に供給する触媒供給装置に関する。

背景技術

- [0002] 化学製品の製造において、化学反応を安定した状態に維持するためには、触媒を反応槽へ安定的、すなわち、量的にばらつくことなく、所定の量ずつ確実に供給することが不可欠である。

特に、ポリオレフィン等の製造においては、遷移金属成分を含む触媒を反応槽に安定的に供給する必要がある。上記触媒は、所定の割合で溶剤と混合させた触媒スラリーとしてから、容積型ポンプを備えた触媒供給装置によって、反応槽に供給される。

従来、触媒スラリーを安定的に供給するための様々な触媒供給装置が提案されてきた。

- [0003] たとえば、特許文献1には、反応槽へと流入する搬送流体の中に互いに交差することのない二つの流路を有する回転体を配置し、一方の流路を搬送流体が流れているときに、他方の流路に高濃度触媒を充填する触媒供給装置の技術が開示されている。

この技術によれば、回転体を回転させることにより、搬送流体中に高濃度触媒を適時供給できるので、高濃度触媒を搬送流体とともに反応槽に供給することができる。

- [0004] また、特許文献2には、内部に収納室が形成され、上面にはスラリー供給口とキャリア流体供給口と脱圧孔を、また、下面には収納室に連通してキャリア流体供給口に対向する排出口を備えたケーシングと、ケーシングの収納室に密接状態で回転可能に配設され、回転時にスラリー供給口と、キャリア流体供給口及び排出口と、脱圧孔との順に合致する計量孔を穿設した回転円板と、ケーシングに嵌挿され、一端が回転円板に連結されて回転駆動される回転軸と、から構成した定量供給装置の技術が

開示されている。

この技術によれば、触媒を円滑に供給することができるとともに、容器等へ触媒を迅速に供給することができる。

特許文献1:特開昭58-127707号公報

特許文献2:特許第3097763号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、特開昭58-127707号公報に記載された触媒供給装置は、高濃度触媒を搬送流体に搬送させて反応槽に供給することができるものの、さらに精度よく触媒スラリーを反応槽に供給するといった観点から見なおすと、改善の余地があった。

[0006] また、特許第3097763号公報に記載された定量供給装置は、回転体の触媒充填部へ触媒を均一に落下させ充填する必要があるが、小さくかつ回転する触媒充填部に、触媒供給槽から一定量の触媒を充填することは技術的に困難であり、安定的に触媒を反応槽に供給することができないといった問題があった。

さらに、この定量供給装置は、特殊な構造を有する回転機器を使用しているため、メンテナンス作業が複雑となり、實際上メンテナンスが困難であるといった問題もあった。

[0007] 本発明は、上記問題を解決すべく、触媒スラリーを反応槽に安定的に供給することの可能な触媒供給装置の提供を目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 上記目的を達成するために、本発明の触媒供給装置は、触媒スラリー供給槽から反応槽へ、容積型ポンプによって触媒スラリーを供給する触媒供給装置であって、前記触媒スラリー供給槽と反応槽と容積型ポンプを三方配管で接続し、前記触媒スラリー供給槽と前記三方配管の交差部の間に、前記容積型ポンプの吸込み動作時に開状態となり、非吸込み動作時に閉状態となる自動吸込み弁を設け、前記反応槽と前記三方配管の交差部の間に、前記容積型ポンプの吐出動作時に開状態となり、非吐出動作時に閉状態となる自動吐出弁を設け、かつ、前記容積型ポンプの内部と

、該容積型ポンプと前記三方配管の交差部との間の配管の少なくとも一部に封入流体を封入し、前記容積型ポンプの吸込み動作時に、前記触媒スラリー供給槽から定量の触媒スラリーが、前記自動吸込み弁を通過して前記三方配管の交差部と前記容積型ポンプとの間の配管に吸い込まれ、前記容積型ポンプの吐出動作時に、前記触媒スラリーが前記自動吐出弁を通過して定量吐出され、前記反応槽に供給する構成としてある。

このようにすると、所定量の触媒を確実に供給することができるとともに、容積型ポンプのポンプ室内に触媒スラリーが入り込まないので、触媒がポンプ室に沈降し、吐出量が低減し、あるいは、閉塞により全く吐出できなくなるといった不具合を防止でき、触媒スラリーを安定して供給することができる。

[0009] また、本発明の触媒供給装置は、前記自動吐出弁が、前記容積型ポンプの吐出動作開始後に開く構成としてある。

このようにすると、自動吐出弁が開かれる前に、反応槽の内部圧力より高い圧力まで触媒スラリーを昇圧するので、反応槽の内部圧力によって、容積型ポンプが衝撃を受けるといった不具合を防止することができる。

[0010] また、本発明の触媒供給装置は、前記容積型ポンプをダイヤフラム式ポンプとし、かつ、前記ダイヤフラム部に封入した流体を前記触媒スラリーに用いた溶剤と同一のものとし、さらに、前記三方配管の交差部と前記容積型ポンプとの間の配管を、前記三方配管の交差部より上方に設けた構成としてある。

このように、三方配管の交差部とダイヤフラム式ポンプとの間の配管に、触媒スラリーの調整に使用した溶剤と同一のものを充填することにより、この溶剤が吸い込まれてきた触媒スラリーと接触しても、封入流体と溶剤が混ざることによって支障が出るといった不具合を防止することができる。

また、ダイヤフラム式ポンプは、触媒スラリーを反応槽に供給するときに、ダイヤフラム部が触媒スラリーの溶剤と同じ溶剤で満たされ、触媒スラリーがダイヤフラム部に直接吸引されない構造であることが、より好ましい。このようにすると、ダイヤフラム式ポンプは、ダイヤフラム部内へ触媒スラリーが流入し、ポンプが閉塞するといった不具合を防止することができる。

[0011] また、本発明の触媒供給装置は、前記容積型ポンプと、前記自動吸込み弁、自動吐出弁及び前記三方配管の交差部を一体的に構成してある。

このようにすると、触媒供給装置を小型化することができ、省スペース化を図ることができる。

[0012] また、本発明の触媒供給装置は、前記触媒スラリーの通る流路の内径が、2mm超であって、かつ、触媒スラリーの流量より算出した平均線流速が3.0cm/s超となる径とした構成としてある。

このようにすると、流速が遅いことに起因する触媒の沈降を防げるので、配管等における閉塞を防止でき、長時間の連続運転を行なうことができる。

[0013] また、本発明の触媒供給装置は、前記触媒スラリーの流路に測定機器を設ける際、前記測定機器と流路の接続部がインナーノズル構造とした構成としてある。

このようにすると、接続部の流路が拡大することを防げるので、接続部に触媒が沈降するといった不具合を防止することができる。

[0014] また、本発明の触媒供給装置は、前記触媒スラリー供給槽が攪拌翼を有する構成としてある。

このようにすると、触媒の沈降を効果的に防止することができ、触媒スラリーの濃度を全体的にほぼ均一な状態に保持することができる。

[0015] また、本発明の触媒供給装置は、前記触媒スラリー供給槽へ前記触媒スラリーを供給する流路に、フィルターを設けた構成としてある。

このようにすると、触媒の大きな粗粉によって、流路が閉塞するといった不具合を防止することができる。

[0016] また、本発明の触媒供給装置は、前記反応槽を、ポリオレフィンを製造するための反応槽とした構成としてある。

このように、本発明における触媒供給装置を、ポリオレフィンの製造工程において使用すると、安定した化学反応が実現でき、極めて高品質なポリオレフィンを製造することができる。

発明の効果

[0017] 本発明における触媒供給装置によれば、たとえば、ポリオレフィン等の化学製品の

製造において、特殊な回転機械等を使用しなくても、触媒を安定的に反応槽に供給することができる。

図面の簡単な説明

[0018] [図1]本発明にかかる触媒供給装置の概略構成図を示している。

[図2]本発明にかかる触媒供給装置のインナーノズル構造を説明するための概略拡大断面図を示している。

[図3a]本発明にかかる触媒供給装置の動作を説明するための、吸込み開始前の状態の概略拡大断面図を示している。

[図3b]本発明にかかる触媒供給装置の動作を説明するための、吸込み完了直前の状態の概略拡大断面図を示している。

[図3c]本発明にかかる触媒供給装置の動作を説明するための、吐き出しを完了したときの状態の概略拡大断面図を示している。

符号の説明

- [0019] 1 触媒供給装置
2 触媒スラリー供給槽
3 自動吸込み弁
4 三方配管
5 容積型ポンプ
6 自動吐出弁
7 反応槽
9 流量計
10 触媒スラリー
10a, 10b, 10c, 10d 触媒スラリー
11 触媒
12 溶剤
21 モータ
22 攪拌翼
40 交差部

- 41 吸込み弁側配管
- 42 吐出弁側配管
- 43 吸込み・吐出口側配管
- 51 吸込み・吐出口
- 52 ダイアフラム部
- 53 ダイアフラム
- 54 オイル
- 55 注入口
- 81 配管
- 82 配管
- 83 バルブ
- 84 バルブ
- 85 リターン配管
- 86 インナーノズル
- 87 配管
- 91 流入部
- 92 接続部
- 93 インナーノズル
- 94 フィルター
- 95 触媒スラリー供給源

発明を実施するための最良の形態

[0020] [触媒供給装置]

図1は、本発明にかかる触媒供給装置の概略構成図を示している。

同図において、触媒供給装置1は、触媒スラリー供給槽2から反応槽7へ、容積型ポンプ5によって触媒スラリー10を供給する装置であって、触媒スラリー供給槽2と反応槽7と容積型ポンプ5を接続する三方配管4と、三方配管4の交差部40と触媒スラリー供給槽2の間に設けられた自動吸込み弁3と、三方配管4の交差部40と反応槽7の間に設けられた自動吐出弁6とからなっている。

[0021] 触媒スラリー供給槽2は、一般的に圧力容器が用いられ、触媒11と溶剤12を所定の割合で調整した触媒スラリー10が投入されている。

所定の割合としては、一般的に、約50g〜500gの触媒11を約1Lの溶剤12で調整する。

ここで、好ましくは、約50g〜250gの触媒11を約1Lの溶剤12で調整するとよい。その理由は、濃度が約50g/Lより薄いと、反応槽7に投入される溶剤12の量が増加し、製品の品質上好ましくないケースも想定されるからであり、また、濃度が約250g/Lより濃いと、配管等において触媒11が沈降し閉塞を引き起こす危険性が高くなるからである。

[0022] また、触媒スラリー供給槽2の内部にモータ21によって駆動される攪拌翼22を設けるとよく、このようにすると、触媒11の沈降を効果的に防止することができ、触媒スラリー10の濃度を全体的にほぼ均一な状態に保持することができる。

なお、触媒11は、反応槽7における反応に必要とされる触媒であり、溶剤12は、触媒成分や重合用モノマーに対し不活性な溶剤としてある。

上記触媒11としては、たとえば、ポリオレフィン等の製造のために使用される遷移金属成分を含む触媒であれば適用可能である。また、触媒11は、生触媒に限定されるものではなく、たとえば、予備重合触媒を使用することもできる。

[0023] 自動吸込み弁3は、配管81を介して、触媒スラリー供給槽2の下流側に接続されている。この自動吸込み弁3は、容積型ポンプ5の吸込み動作時に開状態となり、吐出動作時に閉状態となるように自動制御される。

本実施形態の自動吸込み弁3は、仕切弁とこの仕切弁の開閉を制御する空気式アクチュエータ(図示せず)とからなっており、空気式アクチュエータが容積型ポンプ5のダイアフラム53の動作と連動して作動することにより、容積型ポンプ5が吸い込むとき開状態となり、吸い込むとき以外は閉状態となるように制御される。

なお、自動吸込み弁3は、上記構成に限定されるものではなく、たとえば、ダイアフラム53の動作と連動して作動する電磁弁を用いることもできる。また、仕切弁に限定されるものではない。

[0024] 三方配管4は、配管81、配管82、吸込み弁側配管41、吐出弁側配管42及び容積

型ポンプ5の吸込み・吐出口側配管43とからなっており、吸込み弁側配管41, 吐出弁側配管42及び容積型ポンプ5の吸込み・吐出口側配管43の各一端を、交差部40で接続した構造としてある。また、交差部40に対する各他端においては、吸込み弁側配管41と自動吸込み弁3を接続し、吐出弁側配管42と自動吐出弁6を接続し、さらに、吸込み・吐出口側配管43と容積型ポンプ5の吸込み・吐出口51を接続してある。

また、三方配管4は、吸込み・吐出口側配管43が、交差部40より高い位置に設けられており、吸込み弁側配管41を介して吸込み・吐出口側配管43に吸い込まれる触媒スラリー10の触媒11が容積型ポンプ5のダイヤフラム部52に入り込まない構造としてある。さらに、吸込み・吐出口側配管43には、触媒スラリー12の調整に使用した溶剤12が充填されており、この溶剤12が吸い込まれてきた触媒スラリー10と接触しても、支障がないようにすることができる。

[0025] 容積型ポンプ5は、吸込み口及び吐出口の代わりに共通の吸込み・吐出口51を備え、ダイヤフラム部52に溶剤12を封入した構成としてある(図3a参照)。また、自動吸込み弁3及び自動吐出弁6が、一般的な容積型ポンプにおける吸込み口及び吐出口に設けられた逆止弁の機能を果たしている。

また、好ましくは、容積型ポンプ5を、自動吸込み弁3, 自動吐出弁6及び吸込み・吐出口側配管43の機能を備えた一体型とするとよく、このようにすると、触媒供給装置1を小型化することができ、省スペース化を図ることができる。さらに、容積型ポンプ5を小型化できるとともに、構造を単純化でき製造原価のコストダウンを図ることができる。

[0026] 本実施形態の容積型ポンプ5は、ダイヤフラム式ポンプとしてあり、ダイヤフラム53の駆動源側にオイル54が充填されており、このオイル54を増減させることにより、ダイヤフラム53を往復動させることができる。なお、ダイヤフラム53を往復動させる機構は、上記機構に限定されるものではなく、たとえば、ダイヤフラム53の中央部に連結されたロッドを往復動させる機構としてもよい。

また、容積型ポンプ5は、ダイヤフラム部52及び吸込み・吐出口側配管43に溶剤12を封入することにより、触媒スラリー10をダイヤフラム部52内に直接吸い込まない構

造(リモートヘッドタイプ)の容積型ポンプとしてある。これにより、ダイアフラム53の周囲に触媒11が沈降し、ダイアフラム53の正常動作を阻害して吐出量が減少するといった不具合を防止することができる。また、吸込み・吐出口51に触媒11が沈降して閉塞するといった不具合を防止することもできる。

[0027] 自動吐出弁6は、配管82を介して、反応槽7と接続されている。この自動吐出弁6は、上記自動吸込み弁3と逆に、容積型ポンプ5が吐出動作時に開状態となり、非吐出動作時は閉状態となるように自動制御される。

[0028] また、触媒供給装置1は、配管82の反応槽7側にバルブ83を設け、このバルブ83の上流側から分岐させ触媒スラリー供給槽2との間に、バルブ84およびリターン配管85を設けてもよい。このようにすると、触媒スラリー10を反応槽7に供給しないで触媒スラリー供給槽2に戻す循環運転を行なうことができるので、触媒スラリー供給槽2に戻ってきた触媒スラリー10の濃度を測定することにより、配管81, 82等に触媒11が沈降しない安定した状態で触媒スラリー10を供給できるか否かを、事前に又は定期的に確認することができる。

なお、ポリオレフィン等の化学製品を実際に製造する触媒供給装置1は、リターン配管85を設けなくても、触媒11を安定的に反応槽7に供給することができる。

[0029] また、触媒スラリー10の通る流路(たとえば、配管81, 41, 42, 82, 85等)の内径($D(\text{mm})$)を、2mm超、かつ、運転中の触媒スラリー10の設定流量より算出した平均線流速が約 3.0cm/s となる流路の内径($D_{\text{MAX}}(\text{mm})$)未満とするとよい。この理由は、内径($D(\text{mm})$)が約2mmより細くなると、配管閉塞を起こす可能性があるからであり、また、平均線流速が約 3.0cm/s より遅くなると、配管81, 41, 42, 82, 85等に触媒11が沈降し閉塞状態に陥る危険性が高くなるからである。なお、上記 $D(\text{mm})$ を $D_{\text{MAX}}(\text{mm})$ 未満とすることにより、搬送される触媒スラリー10の平均線流速は約 3.0cm/s 超となる。

さらに、好ましくは、内径($D(\text{mm})$)を2.5mmより太くするとよく、このようにすると、閉塞をより確実に防止することができる。

なお、上記流路は、配管81, 41, 42, 82, 85に限定されるものではなく、自動吸込み弁3, 自動吐出弁6及び流量計9等における内部の流路をも含むものとする。ま

た、配管81, 4, 82, 85の内面は、触媒スラリー10がスムーズに流れるように、内面が平滑なものが好ましい。

[0030] 本実施形態では、配管82に、触媒スラリー10の流量を測定する流量計9を設けている。流量計9としては、汎用のコリオリ式流量計を使用しているが、これに限定されるものではなく、たとえば、レーザ反射式(レーゼンテック社製FMBA D600R等)の触媒濃度計測機器等を使用することもできる。

ただし、コリオリ式流量計は、内径が細すぎると閉塞を起こし、太すぎると触媒沈降が発生するので、適切な内径の流量計9を選定する必要がある。

[0031] また、配管82に流量計9を設ける際、図2に示すように、流量計9の流入部91の径が配管82の内径に対して大きい場合、流量計9と配管82を接続する接続部92をインナーノズル93とするとよい。このように、配管82との接続をインナーノズル構造とすることにより、配管82と流入部91の接続部92の流路が拡大することを防げるので、接続部92に触媒11が沈降するといった不具合を防止することができる。

[0032] また、好ましくは、触媒供給装置1は、触媒スラリー供給槽2へ触媒スラリー10を供給する流路に、フィルターを設けた構成とするとよい。本実施形態では、図1に示すように、触媒スラリー供給源95から触媒スラリー供給槽2へ触媒スラリー10を供給する配管86に、触媒11の粗粉を取り除くフィルター94を設けている。このフィルター94の目開きは、小さすぎると触媒11が通過できず、また、大きすぎると、粗粉による配管の詰まりが発生することから、本実施形態では、触媒スラリー10の流路における最小内径の約40%以下に設定してある。このようにすると、触媒11の大きな粗粉によって、各配管84, 4, 82, 84や流量計9等の流路が閉塞するといった不具合を確実に防止することができる。なお、目開きの下限は、通過させる触媒の粒径や粒径分布によって変わるため、いちがいには言えないが、通常は、平均の触媒粒径の10倍以上とする場合が多い。

なお、フィルター94は、通常、網を含む容器が用いられるが、網の代わりにパンチングプレート等を使用してもよい。また、所定の大きさの触媒11だけを有する触媒スラリー10を供給する手段は、特に限定されるものではなく、触媒スラリー供給槽2に触媒スラリー10を仕込む際、所定の大きさの触媒11を供給する手段であればよい。

[0033] また、触媒11をポリオレフィンの製造工程において使用される遷移金属成分を含む触媒とし、反応槽7を、ポリオレフィンを製造するための反応槽とするとよい。このように、触媒供給装置1をポリオレフィンの製造工程において使用すると、安定した化学反応が実現でき、極めて高品質なポリオレフィンを製造することができる。

[0034] 次に、上記構成の触媒供給装置1の動作について、図面を参照して説明する。

図3aは、本発明にかかる触媒供給装置の動作を説明するための、吸込み開始前の状態の概略拡大断面図を示している。

同図において、触媒スラリー供給槽2には、調整された触媒スラリー10が投入されており、この触媒スラリー10は、攪拌翼22によって触媒11が沈降しないように攪拌されることにより、ほぼ均一な状態に保たれている。

また、配管81および三方配管4の吸込み弁側配管41と吐出弁側配管42には、触媒スラリー10が充填され、容積型ポンプ5のダイヤフラム部52及び吸込み・吐出口側配管43には、注入口55から溶剤12が充填されている。

上記初期状態において、自動吸込み弁3及び自動吐出弁6は閉じており、吸込み・吐出口側配管43に充填された溶剤12の最下点は、吐き出し下限レベルBである。

また、説明の便宜上、配管81、吸込み弁側配管41及び吐出弁側配管42内の触媒スラリー10を、上流側から順に触媒スラリー10a, 10b, 10c, 10dに分割し、理解しやすいように太い点線で分割して図示してある。

[0035] 図3bに示すように、容積型ポンプ5のダイヤフラム53が吸い込みを開始すると、自動吸込み弁3が開き、自動吐出弁6は閉じた状態を維持する。

ダイヤフラム53が吸い込みを続けると、吸込み・吐出口側配管43に、自動吸込み弁3を通して吸込み弁側配管41に触媒スラリー10aが所定量引き込まれる。

ダイヤフラム53が吸い込みの終了点に到達したとき、吸込み・吐出口側配管43に充填された溶剤12の最下点は、吸い込み上限レベルAとなる。すなわち、触媒スラリー10bに含まれる触媒11は、ダイヤフラム部52に浸入しないので、ダイヤフラム部52内に触媒11が沈降し、吐出量が低減したり吐出できなくなるといった不具合を防止することができる。

また、吸込み弁側配管41に触媒スラリー10aが所定量引き込まれると、自動吸込み

弁3が閉じ、自動吐出弁6は閉じた状態を維持する。

- [0036] 次に、容積型ポンプ5のダイヤフラム53が吐き出しを開始する前に、ダイヤフラム53が吐き出し方向に微小距離だけ移動し、密閉された領域、すなわち、ダイヤフラム部52および吸込み・吐出口側配管43内の溶剤12と触媒スラリー10a, 10b, 10c, 10dを昇圧する。

このように、自動吐出弁6が開かれる前に、反応槽7の内部圧力より高い圧力まで昇圧するので、自動吐出弁6が開いても反応槽7の内部圧力によって、容積型ポンプ5が衝撃を受けるといった不具合を防止することができる。

- [0037] 次に、図3cに示すように、自動吐出弁6が開き(自動吸込み弁3は、閉じた状態を維持する。)、ダイヤフラム53が吐き出し方向に移動することにより、吸込み・吐出口側配管43に吸い込まれた触媒スラリー10bが吐出弁側配管42に押し出され、吐出弁側配管42にあった触媒スラリー10dが自動吐出弁6を通して配管82に吐き出される。

そして、上記サイクルを繰り返すことにより、一定量の触媒スラリー10を安定的に反応槽7に供給することができる。

- [0038] このように、上記触媒供給装置1によれば、触媒11が容積型ポンプ5のダイヤフラム部52に浸入しないので、触媒11がダイヤフラム部52に沈降して吐出量が低減し、あるいは、閉塞により全く吐出できなくなるといった不具合を防止でき、触媒スラリー10を安定して反応槽7に供給することができる。

- [0039] [実施例1]

次に、本発明にかかる触媒供給装置を用いた実施例について説明する。

約180g/Lに調整した触媒スラリー10を、最大容量約1Lの攪拌機付き触媒スラリー供給槽2に約700mL投入し、窒素ガス(N_2)にて約0.147MPaまで昇圧後、攪拌翼22を約150min⁻¹で攪拌し、触媒スラリー10をほぼ均一な状態とした。

- [0040] 容積型ポンプ5として、富士ポンプ製のダイヤフラム式ポンプZ104DD-40VSを使用した。

このダイヤフラム式ポンプは、ダイヤフラム53の動きと連動する空気式アクチュエータによって、自動吸込み弁3及び自動吐出弁6を自動制御する構成とした。また、こ

れら自動吸込み弁3, 自動吐出弁6及び吸込み・吐出口側配管43を容積型ポンプ5と一体型構造とした。

- [0041] 次に、触媒スラリー供給槽2から自動吸込み弁3までの配管81, 吸込み弁側配管41及び吐出弁側配管42(各配管の内径は、約3.76mm。)を不活性溶剤であるヘプタンで満たし、続いて、ダイヤフラム部52および吸込み・吐出口側配管43には溶剤12を封入した。

そして、バルブ83を閉じバルブ84を開いた後、容積型ポンプ5を作動させ、容積型ポンプ5によって吐き出された触媒スラリー10を触媒スラリー供給槽2に戻す循環運転を行なった。この循環運転によって、配管81, 41, 42, 82等における閉塞のないことを確認した。

続いて、バルブ84を閉じて、バルブ83を約一分間開き、触媒スラリー10の流量を実測して、バルブ83と反応槽7との間の配管82に閉塞がないことを確認した。

- [0042] 次に、流量測定実験として、まず、反応槽7を約0.147MPaに昇圧して、自動吸込み弁3を開き、自動吐出弁6を閉じ、触媒スラリー10を容積型ポンプ5で吸引した(ステップS1)。

次に、自動吸込み弁3及び自動吐出弁6を閉じて、吸い込んだ触媒スラリー10を容積型ポンプ5で約0.147MPaより高い圧力に昇圧した(ステップS2)。

続いて、自動吸込み弁3を閉じたまま自動吐出弁6を開いて、昇圧した触媒スラリー10を反応槽7に供給した(ステップS3)。

ところで、反応槽7を約0.147MPaに昇圧してから、昇圧した触媒スラリー10を反応槽7に供給するまでの時間は約30秒であるが、これを1サイクルとして約176時間繰り返し、所定の時間ごとに反応槽7に供給される触媒スラリー10の流量を測定した。

。なお、触媒スラリー供給槽2と反応槽7は、ともに約0.147MPaまで昇圧してあるの
で、差圧は約0MPa-absであった。

- [0043] 表1に示すように、流量が非常に安定していた。たとえば、触媒11の沈降等が起こると、配管つまり等によって流量が変動するが、このような変動がほとんど見られないことから、極めて安定した状態で触媒スラリー10を供給できた。

また、平均流量は、約 $0.73\text{cm}^3/\text{s}$ (=約 $2.64\text{L}/\text{hr}$)であり、平均線流速は、約 $6.6\text{cm}/\text{s}$ であった。

[0044] [実施例2]

また、反応槽7を予め窒素(N_2)ガスにて約 0.98MPa まで昇圧し、触媒スラリー供給槽2との差圧を約 0.833MPa-abs として、実施例1と同様に流量を測定したところ、上記表1に示すように、流量が非常に安定していた。

また、平均流量は、約 $0.69\text{cm}^3/\text{s}$ (=約 $2.50\text{L}/\text{hr}$)であり、平均線流速は、約 $6.3\text{cm}/\text{s}$ であった。

[0045] 表1に実施例1及び実施例2の実験結果を示す。

[表1]

実験結果

経過時間(hr)	触媒スラリー供給槽と反応槽の差圧	
	実施例 1 0MPa-abs	実施例 2 0.833MPa-abs
	流量(L/hr)	流量(L/hr)
0	2.76	2.49
23	2.49	2.58
46	2.61	2.52
70	2.67	2.55
95	2.46	2.34
118	2.64	2.46
150	2.76	2.58
176	2.70	—
平均流量(cm^3/s)	0.73	0.69
平均線流(cm/s)	6.6	6.3

[0046] [比較例1]

実施例1において、自動吸込み弁3、三方配管4及び自動吐出弁6の機能を備えた容積型ポンプ5の代わりに、チェック弁を有する汎用の帝国電気製作所製ダイヤフラムポンプ(EKMs-1)を使用し、自動吸込み弁3及び自動吐出弁6の代わりに、ポンプに正規に取り付けられていたチェック弁を使用した。

実験結果は、極めて短時間(数秒〜数十秒)の運転しかできなかった。その原因は

、チェック弁が触媒11によって閉塞状態となり、吐出不能となったためであった。さらに、ダイヤフラムの周囲にも触媒11の堆積が見られた。

[0047] [比較例2]

実施例1において、自動吸込み弁3、三方配管4及び自動吐出弁6の機能を備えた容積型ポンプ5の代わりに、兵神装備製のモノポンプ(3NE06H2)を使用した。

実験結果は、実施例1と比較し、検量槽と触媒スラリー供給槽2との差圧変化(差圧を約0.00MPa-absと約0.833MPa-abs)における流量変化が大きく、かつ、特に差圧が大きい場合(差圧を約0.833MPa-absとした場合)、ポンプ内に触媒11の粒子の凝集が発生し、安定的な供給ができなかった。

[0048] [比較例3]

実施例1において、設定流量を約1.2L/hr(平均線流速約3.0cm/s)まで低減した。結果としては、約20時間〜23時間目までは流量が安定していたものの、それ以降は、配管が閉塞気味となり、安定的に触媒スラリー10を供給することができなかった。

[0049] [実施例3]

実施例1において、容積型ポンプ5の吐出から触媒スラリー供給槽2へのリターン配管85に、流量計9を設置し、差圧約0.833MPa-absにおいて、ダイヤフラム53の往復動速度を連続的に変化させ、設定流量約2.5L/hrと約5.0L/hrの二水準の間で、触媒スラリー10の流量を連続的に変化させた。

この実験では、検出流量を移動平均法で補正し、弁の開閉速度を自動制御することによって、流量制御が可能かつ安定的な運転が可能であることを確認した。

なお、流量計9としては、コリオリ式流量計(オーバル社製D12(内径約2.87mm))を使用し、流量計9との接続部に、インナーノズル86を利用した。

また、同様の流量計9として、桜エンドレス社製(63ACO₄)とオーバル製(CN003C-SS-999R)でのテストも行なった。

この実験により、上記のいずれの流量計を使用しても、流量制御が可能でありかつ安定的な運転が可能であることを確認した。

[0050] [比較例4]

実施例3において、インナーノズル構造としなかった以外は、同様とした。

実験結果としては、触媒スラリー10の充填操作における、配管内に触媒スラリー10が滞留した状態で一時的に容積型ポンプ5を停止した後の再起動において、流量計9の入口部で触媒10が堆積し詰まりが発生した。

[0051] [実施例4]

実施例3において、触媒スラリー供給槽2の上流に、配管87、フィルター94及び触媒スラリー供給源95を設けた以外は、同様とした。なお、触媒スラリー供給源95にて調整された触媒スラリーは、触媒スラリー供給源95からフィルター94及び配管87を介して、触媒スラリー供給槽2に供給した。この際、フィルター94の目開きを約1.0mmとし、粒子径が目開きより小さい触媒を、触媒スラリー供給槽2に供給した。

実験結果としては、検出流量を移動平均法で補正し、弁の開閉速度を自動制御することによって、流量制御が可能かつ安定的な運転が可能であることを確認した。また、インナーノズル86を設けて、上記三種類の流量計9に対して、同様にテストしたところ、いずれの流量計9を使用しても、流量制御が可能でありかつ安定的な運転が可能であることを確認した。

[0052] [比較例5]

実施例4において、フィルター94を取り外し、さらに、粗粉触媒粒子(粒子径が約1.18mm〜1.41mmの触媒(触媒スラリーの流路における最小内径約2.87mmの約41〜50%の触媒))約10個を含む、調整した触媒スラリーを、強制的に触媒スラリー供給槽2に供給した以外は、同様とした。

実験結果としては、約5分後に、流量計9(コリオリ式流量計)において、触媒11が閉塞して触媒スラリーを供給することができなくなった。

[0053] 以上、本発明の触媒供給装置について、好ましい実施形態を示して説明したが、本発明に係る触媒供給装置は、上述した実施形態にのみ限定されるものではなく、本発明の範囲で種々の変更実施が可能であることは言うまでもない。

例えば、容積型ポンプはダイヤフラム式ポンプに限定されるものではなく、ダイヤフラム部52内に触媒11が侵入しない構造の容積型ポンプであればよい。

産業上の利用可能性

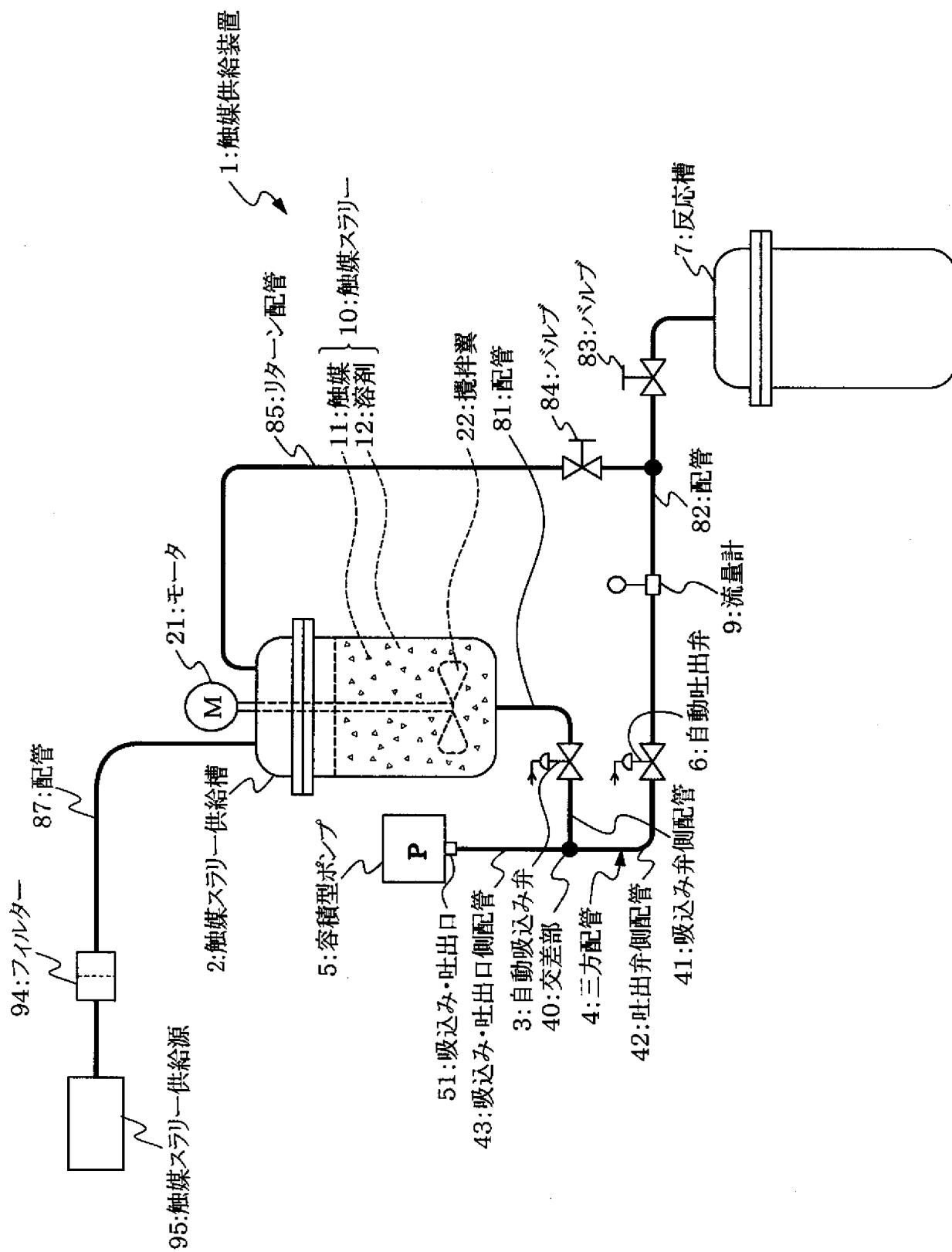
[0054] 本発明の触媒供給装置は、触媒スラリーを安定的に供給する装置として説明してあるが、この用途に限定されるものではなく、触媒以外の固物を含むスラリーを供給することにより、固体供給装置としても、本発明を適用することが可能である。

請求の範囲

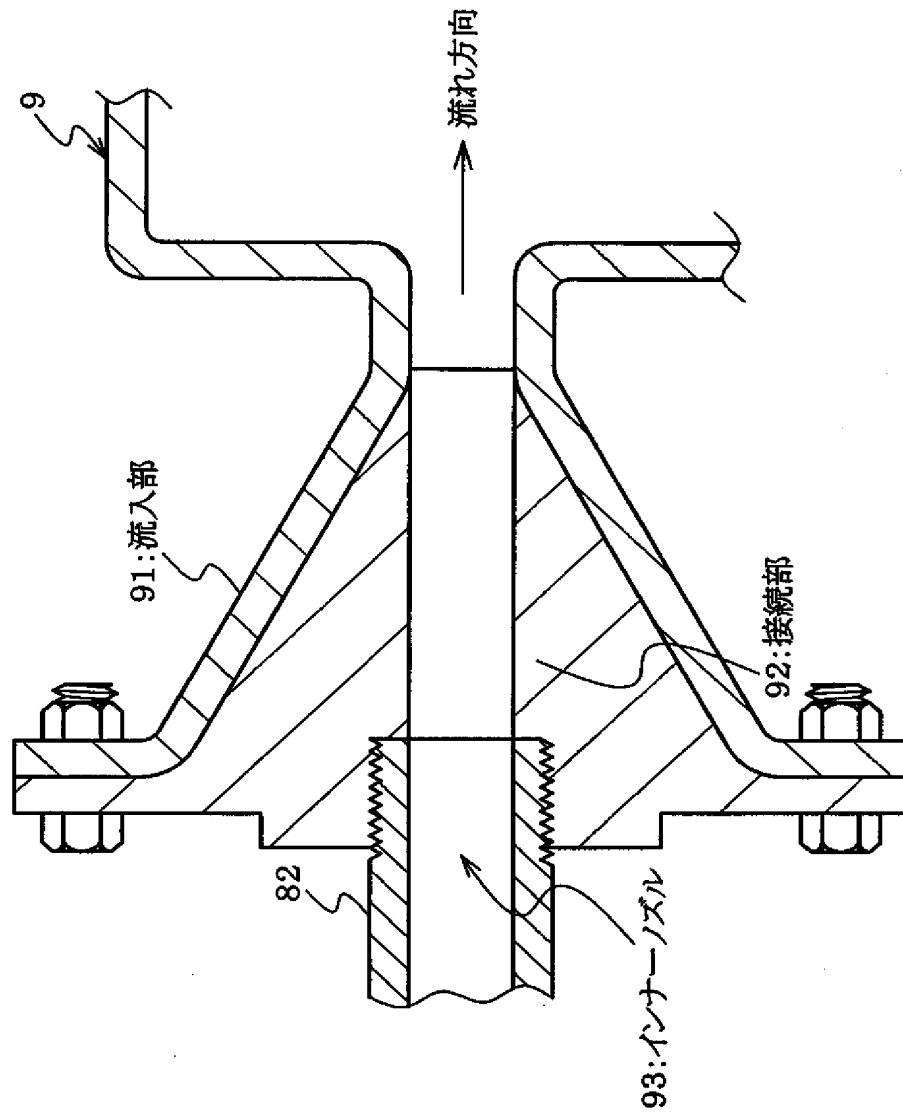
- [1] 触媒スラリー供給槽から反応槽へ、容積型ポンプによって触媒スラリーを供給する触媒供給装置であって、
- 前記触媒スラリー供給槽と反応槽と容積型ポンプを三方配管で接続し、
- 前記触媒スラリー供給槽と前記三方配管の交差部の間に、前記容積型ポンプの吸込み動作時に開状態となり、非吸込み動作時に閉状態となる自動吸込み弁を設け、
- 前記反応槽と前記三方配管の交差部の間に、前記容積型ポンプの吐出動作時に開状態となり、非吐出動作時に閉状態となる自動吐出弁を設け、
- かつ、前記容積型ポンプの内部と、該容積型ポンプと前記三方配管の交差部との間の配管の少なくとも一部に封入流体を封入し、
- 前記容積型ポンプの吸込み動作時に、前記触媒スラリー供給槽から定量の触媒スラリーが、前記自動吸込み弁を通して前記三方配管の交差部と前記容積型ポンプとの間の配管に吸い込まれ、前記容積型ポンプの吐出動作時に、前記触媒スラリーが前記自動吐出弁を通して定量吐出され、前記反応槽に供給することを特徴とする触媒供給装置。
- [2] 前記自動吐出弁が、前記容積型ポンプの吐出動作開始後に開くことを特徴とする請求項1記載の触媒供給装置。
- [3] 前記容積型ポンプをダイヤフラム式ポンプとし、かつ、前記ダイヤフラム部に封入した流体を前記触媒スラリーに用いた溶剤と同一のものとし、さらに、前記三方配管の交差部と前記容積型ポンプとの間の配管を、前記三方配管の交差部より上方に設けたことを特徴とする請求項1又は2記載の触媒供給装置。
- [4] 前記容積型ポンプと、前記自動吸込み弁、自動吐出弁及び前記三方配管の交差部を一体的に構成したことを特徴とする請求項1又は2記載の触媒供給装置。
- [5] 前記触媒スラリーの通る流路の内径が、2mm超であって、かつ、触媒スラリーの流量より算出した平均線流速が3.0cm/s超となる径としたことを特徴とする請求項1又は2記載の触媒供給装置。
- [6] 前記触媒スラリーの流路に測定機器を設ける際、前記測定機器と流路の接続部がインナーノズル構造であることを特徴とする請求項1又は2記載の触媒供給装置。

- [7] 前記触媒スラリー供給槽が攪拌翼を有することを特徴とする請求項1又は2記載の触媒供給装置。
- [8] 前記触媒スラリー供給槽へ前記触媒スラリーを供給する流路に、フィルターを設けたことを特徴とする請求項1又は2記載の触媒供給装置。
- [9] 前記反応槽を、ポリオレフィンを製造するための反応槽としたことを特徴とする請求項1又は2記載の触媒供給装置。

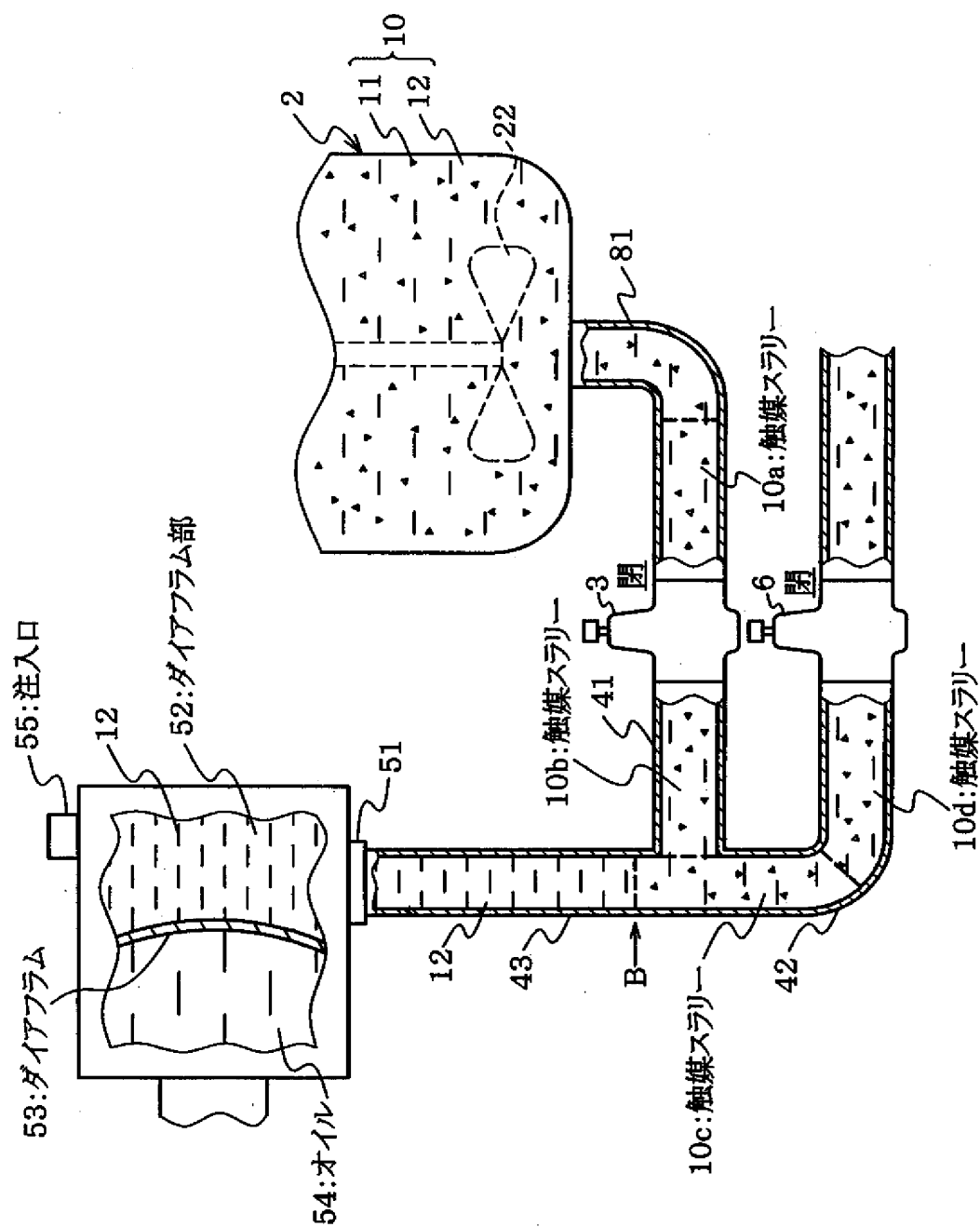
[図1]



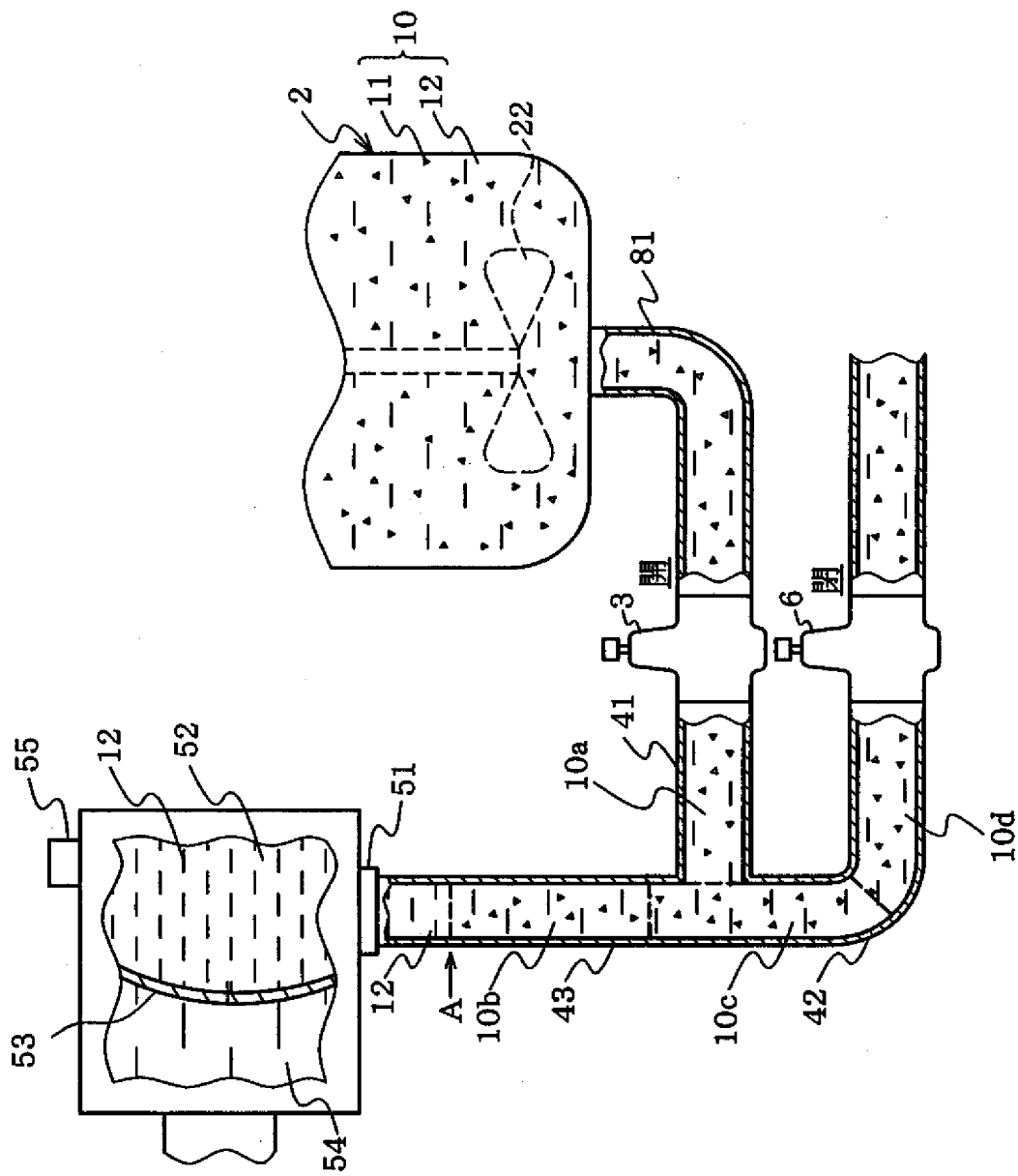
[図2]



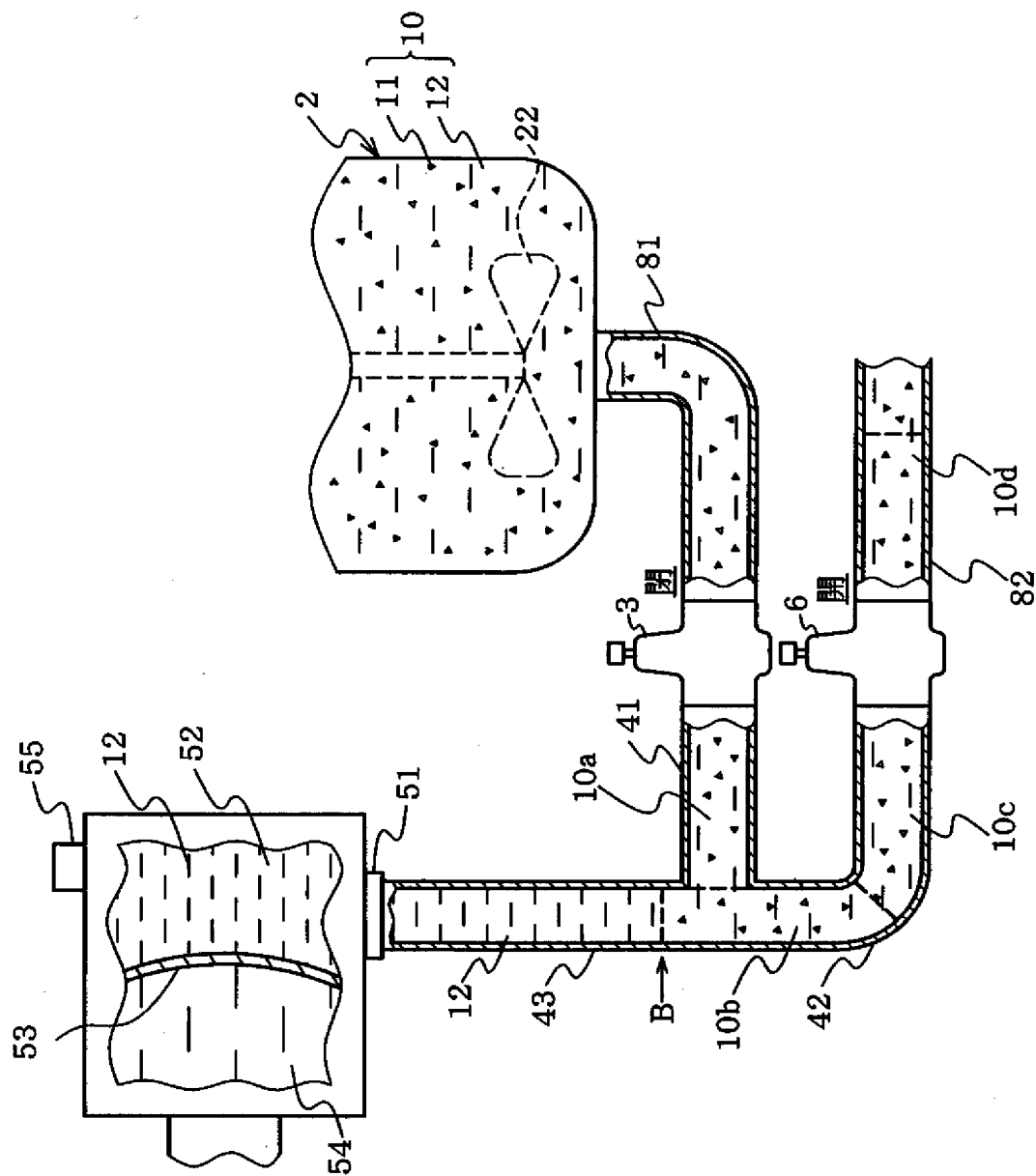
[図3a]



[図3b]



[図3c]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/018023

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ B01J4/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ B01J4/00-4/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2005 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
WPI (DIALOG)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 02/62462 A1 (BASELL POLYPROPYLEN GMBH), 15 August, 2002 (15.08.02), & JP 2004-531590 A	1-9
A	JP 3-143594 A (Toshiba Corp.), 19 June, 1991 (19.06.91), (Family: none)	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
28 April, 2005 (28.04.05)

Date of mailing of the international search report
24 May, 2005 (24.05.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B01J4/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B01J4/00-4/02

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI (DIALOG)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	WO 02/62462 A1 (BASELL POLYPROPYLEN GMBH) 2002. 08. 15&JP 2004-531590 A	1-9
A	JP 3-143594 A (株式会社東芝) 1991. 06. 19 (ファミリーなし)	1-9

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技术水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28. 04. 2005

国際調査報告の発送日

24. 5. 2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

豊永 茂弘

電話番号 03-3581-1101 内線 3421

4D

8418